

⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3025 680 A 1**

⑳ Aktenzeichen:  
㉔ Anmeldetag:  
㉕ Offenlegungstag:

P 30 25 680.5  
7. 7. 80  
4. 2. 82

⑤ Int. Cl. 3:  
**C 03 B 5/02**  
C 03 B 37/025  
C 03 B 20/00  
C 23 C 11/00  
C 23 C 13/00  
C 25 D 7/00

Beitragungsamt

㉑ Anmelder:  
Siemens AG, 1000 Berlin und 8000 München, DE

㉒ Erfinder:  
Schneider, Hartmut, Dr.rer.nat., 8000 München, DE

⑤⑤ Recherchenresultat gem. § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG:  
DE-OS 23 55 531  
DE-OS 20 56 187  
US-Z.: Vapor Deposition, 1966, S. 310-314;  
US-Z.: J. electrochem. Soc., 120, 1973, S. 688-693;

⑤④ Heizkörper für einen Hochtemperaturofen

DE 3025 680 A 1

DE 3025 680 A 1

Patentansprüche

1. Heizkörper aus einem Material mit hoher Schmelztemperatur für einen Hochtemperaturofen zum Erweichen oder Schmelzen von Glas, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der Heizkörper (1) eine Schutzschicht (10) aus einem, auch bei hohen Temperaturen mit Glas nicht wesentlich reagierenden Stoff aufweist.
2. Heizkörper nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Schutzschicht aus einem Platinmetall besteht.
3. Heizkörper nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Schutzschicht (10) aus Iridium besteht.
4. Heizkörper nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Schutzschicht (10) eine Dicke von weniger als 10 µm aufweist.
5. Hochtemperaturofen mit einem Heizkörper nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der Heizkörper (1) von einem Strahlungsschirm (5) umgeben ist, der eine Oberfläche aus einem, auch bei hohen Temperaturen mit Glas nicht wesentlich reagierenden Stoff aufweist, und daß ein am Heizkörper (1) angebrachtes Befestigungselement (2) ebenfalls eine Oberfläche aus einem derartigen Stoff aufweist.
6. Ofen nach Anspruch 5, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß ein am Heizkörper (1) angebrachtes Befestigungselement (2) aus dem gleichen Material wie der Heizkörper (1) besteht und eine Schutzschicht aufweist.

~~-2-~~

VPA 80 P 7104 DE

7. Verfahren zum Aufbringen einer Schutzschicht auf einen Heizkörper eines Hochtemperaturofens, d a -  
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die  
Schicht aus der Gasphase auf den Heizkörper (1) abge-  
5 schieden wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß die Abscheidung im Ofen  
vorgenommen wird.
- 10 9. Verfahren nach Anspruch 8. d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß ein Platinmetall unter  
Ausnutzung eines chemischen Transports des Metalls in  
einem Trägergas abgeschieden wird.
- 15 10. Verfahren nach Anspruch 9, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß als Trägergas ein Gemisch  
aus  $\text{Cl}_2$ - und  $\text{Al Cl}_3$ -Gas verwendet wird.
- 20 11. Verfahren zum Aufbringen einer Platinmetallschicht  
auf einen Heizkörper eines Hochtemperaturofens, d a -  
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die  
Schicht galvanisch auf den Heizkörper abgeschieden wird.
- 25 12. Verfahren zum Verbessern der Qualität einer auf  
einen Heizkörper aufgetragenen Schutzschicht, deren  
Material eine geringere Schmelztemperatur aufweist  
als das Material des Heizkörpers, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t , daß der Heizkörper (1)  
30 bis auf die Schmelztemperatur des Schutzschichtmaterials  
oder auf eine wenig darunter liegende Temperatur er-  
hitzt wird.

SIEMENS AKTIENGESellschaft - 3 -  
Berlin und München

Unser Zeichen  
VPA 80 P 7104 DE

5 Heizkörper für einen Hochtemperaturofen

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf einen Heizkörper aus einem Material mit hoher Schmelztemperatur für einen Hochtemperaturofen zum Erweichen oder Schmelzen von Glas.

Für die Herstellung von optischen Glasfasern, beispielsweise nach der CVD-Methode; werden Hochtemperaturofen benötigt. Eine Temperatur von 1700°C ist erforderlich für die Beschichtung von Quarzglasrohren mit synthetischem Glas, bei 2000°C erfolgt eine Verformung der Rohre zu Stäben, und bei 1900°C werden die Stäbe zu Fasern ausgezogen.

Es ist darauf zu achten, daß eine Verunreinigung der Glasoberfläche im Ofen vermieden wird, da eine solche im allgemeinen zu einer unerwünschten Festigkeitsminderung der Faser führt. Eine Übersicht über bisher verwendete Heizverfahren ist aus Optical Spector, Oktober 1978, Seiten 42 bis 48 (Verfasser M.R.Montierth) zu entnehmen.

Als vorteilhaft hat sich ein Hochfrequenzofen mit einem Graphithohlzylinder als Heizkörper, in den der Quarzglaskörper axial eingeführt wird, erwiesen. Die Erfahrung hat jedoch gezeigt, daß dieser Ofen insbesondere beim Verformen von Rohren trotz einer Inertgasspülung nicht staubfrei ist. Auf der Quarzglasoberfläche findet man Einsmelzungen und Blasen. Außerdem beobachtet man bei der Verformungstemperatur einen braunen Rauch.

Diese Erscheinungen sind vermutlich auf eine chemische Reaktion zwischen dem Glas und dem Kohlenstoff des Heiz-  
Ed 1 St1/9.6.80

-2- 4 - VPA 80 P 7 1 0 4 DE

körpers gemäß der Formel  $\text{SiO}_2 + \text{C} = \text{SiO} + \text{CO}$  zurückzuführen, nach der bei hohen Temperaturen SiO und CO entsteht. Dadurch wird die Korrosion des Heizkörpers beschleunigt und es entstehen Schäden auf der Glasoberfläche.

Der Sauerstofftransport zwischen Glas und Graphit wird vor allem gefördert durch die Verdampfung des Quarzglas es einerseits sowie durch die Zerstäubung von Kohlepartikeln andererseits.

Aufgabe der Erfindung ist es, aufzuzeigen, wie in einem Hochtemperaturofen zum Erweichen oder Schmelzen von Glas mit einem Heizkörper ein Stofftransport zwischen dem Glas und dem Heizkörper und damit eine Verunreinigung der Glasoberfläche und eine Korrosion des Heizkörpers weitgehend vermieden werden können.

Diese Aufgabe wird mit einem Heizkörper der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß der Heizkörper eine Schutzschicht aus einem, auch bei hohen Temperaturen mit Glas nicht wesentlich reagierenden Stoff, insbesondere ein Platinmetall, vorzugsweise Iridium, aufweist.

Iridium beispielsweise reagiert bei den Erweichungs- oder Schmelztemperaturen des Quarzglas es von etwa  $1700^\circ\text{C}$  bis  $2000^\circ\text{C}$  nicht wesentlich mit dem Quarzglas und es verhindert als Schutzschicht auf dem Heizkörper beispielsweise eine Kohlenstaubbildung. Auch wird eine Reaktion von im Ofen vorhandenem Restsauerstoff mit dem Kohlenstoff des Heizkörpers wesentlich verzögert.

Vorteilhafterweise reicht es aus, wenn die Schutzschicht eine Dicke von weniger als  $10\mu\text{m}$  aufweist.

Ein vorteilhaftes Verfahren zum Aufbringen einer Schutzschicht auf einen Heizkörper eines Hochtemperaturofens

-5- VPA 80 P 7104 DE

besteht darin, daß die Schicht aus der Gasphase auf den Heizkörper abgeschieden wird. Zweckmäßig ist es, die Abscheidung im Ofen vorzunehmen. Bevorzugterweise wird ein Platinmetall unter Ausnutzung eines chemischen Trans-  
5 ports des Platinmetalls in einem Trägergas abgeschieden. Als geeignetes Trägergas kann ein Gemisch aus  $\text{Cl}_2$ - und  $\text{AlCl}_3$ -Gas verwendet werden.

Ein besonders vorteilhaftes Verfahren zum Aufbringen  
10 einer Schutzschicht auf einem Heizkörper eines Hochtemperaturofens besteht darin, daß die Schicht galvanisch auf den Heizkörper abgeschieden wird.

In der Schutzschicht können Risse vorhanden sein oder  
15 entstehen, wodurch die Haftung auf dem Heizkörper verschlechtert und Staub entstehen kann. Eine derartig mit Mängeln behaftete Schutzschicht auf einem Heizkörper eines Hochtemperaturofens kann auf einfachste Weise dadurch verbessert werden, daß der Heizkörper bis auf  
20 die Schmelztemperatur des Schutzschichtmaterials oder auf eine wenig darunter liegende Temperatur erhitzt wird. Dadurch können Risse in der Schicht verschmolzen werden, wodurch die Haftung der Schicht auf dem Heizkörper verbessert und die Bildung von Platinmetallstaub  
25 verhindert wird. Voraussetzung dafür ist, daß das Platinmetall eine niedrigere Schmelztemperatur aufweist als das Material des Heizkörpers. Bei Kohlenstoff als Heizkörpermaterial und Iridium ist diese Voraussetzung beispielsweise erfüllt.

30 Ein Hochtemperaturofen mit einem beschichteten Heizkörper ist zweckmäßigerweise so ausgebildet, daß der Heizkörper von einem Strahlungsschirm umgeben ist, der eine Oberfläche aus einem auch bei hohen Temperaturen mit  
35 Glas nicht wesentlich reagierenden Stoff aufweist, und daß ein am Heizkörper angebrachtes Befestigungselement ebenfalls eine Oberfläche aus einem derartigen Stoff

-4- 6-

VPA 80 P 7 1 0 4 DE

aufweist. Dadurch wird erreicht, daß vom Heizkörper nach außen abgestrahlte Wärme von einem mit Glas nicht wesentlich reagierenden Schirm abgefangen wird, wodurch Schäden auf der Glasoberfläche auch von der Umgebung des Heiz-

5 körpers her verhindert werden, und daß ein am Heizkörper angebrachtes Befestigungselement ebenfalls aufgrund der mit Glas nicht wesentlich reagierenden Oberfläche keinen Schaden auf der Glasoberfläche verursachen kann.

- 10 Bevorzugterweise besteht ein am Heizkörper angebrachtes Befestigungselement aus dem gleichen Material wie der Heizkörper und weist eine Schutzschicht auf.

Die Erfindung wird anhand eines in der Figur darge-

15 stellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Die Figur zeigt einen axialen Schnitt durch einen vollständigen Hochtemperaturofen mit einem iridiumbeschichteten Heizkörper.

- 20 Der beispielhafte Ofen ist ein induktiv beheizter Rohr-  
ofen mit 45 mm lichter Weite zur Aufnahme eines 30 mm  
dicken Quarzglasrohres. Der hohlzylindrische, iridium-  
beschichtete Heizkörper 1 aus Graphit ist mit achsen-
- 25 parallelen, iridiumbeschichteten Halterungsstäben 2 aus  
Graphit versehen, die in Ringen 3 aus Quarzglas stecken.  
Auf diese Weise wird eine berührungsarme Aufhängung des  
Heizkörpers 1 ermöglicht. Zur Einkopplung eines zur Be-  
heizung des Heizkörpers dienenden Hochfrequenzfeldes
- 30 ist eine elektrische Spule 4 vorgesehen. Die thermische  
Isolation weist Strahlungsbleche 5 aus Iridium auf, die  
den Heizkörper 1 umgeben. Die Strahlungsbleche 5 sind  
ihrerseits von Graphitfilz 6 umgeben, der seinerseits  
von einem Quarzglas-Schutzrohr 7 umgeben ist, das zwi-
- 35 schen zwei wassergekühlten Flanschen 8 aufgenommen ist,  
die auf einer Grundplatte 9 aufstehen. Luftduschen 100  
sorgen für die Kühlung des Schutzrohres 7. Die Flansche

-5- 7-

VPA 80 P 7 1 0 4 DE

8 sind jeweils mit einer Argon-Schleuse 11 bestückt,  
durch die hindurch der Ofen von beiden Seiten her be-  
rührungsfrei beschickt werden kann. Jede der Gasschleu-  
sen 11 besitzt mehrere hintereinander angeordnete Ring-  
5 düsen 12. Zur Aufheizung des Ofens im Vakuum können die  
Schleusen 11 verschlossen werden. Auf die Schleusen 11  
aufgesteckte Irisblenden 13 ermöglichen es, die Ofen-  
öffnung beim Betrieb an den Durchmesser des einzuführen-  
den Glases anzupassen. Durch unterschiedliche Einstellung  
10 der Blenden 13 und durch unterschiedliche Spülgaszufuhr  
läßt sich ein Gasstrom durch den Raum bewerkstelligen.  
Der Ofen kann sowohl horizontal wie auch vertikal be-  
trieben werden. Er kann für die Beschichtung wie für die  
Verformung von Rohren und auch zum Ziehen von Vorformen  
15 von Fasern verwendet werden.

Anstelle eines induktiv beheizten Ofens kann auch ein  
Widerstandsofen mit einem platinmetallbeschichteten  
Heizkörper verwendet werden.

20

12 Patentansprüche

1 Figur



-8-  
Leerseite

3025680

- 9 -

Nummer:

3025680

Int. Cl.<sup>3</sup>:

C03B 5/02

Anmeldetag:

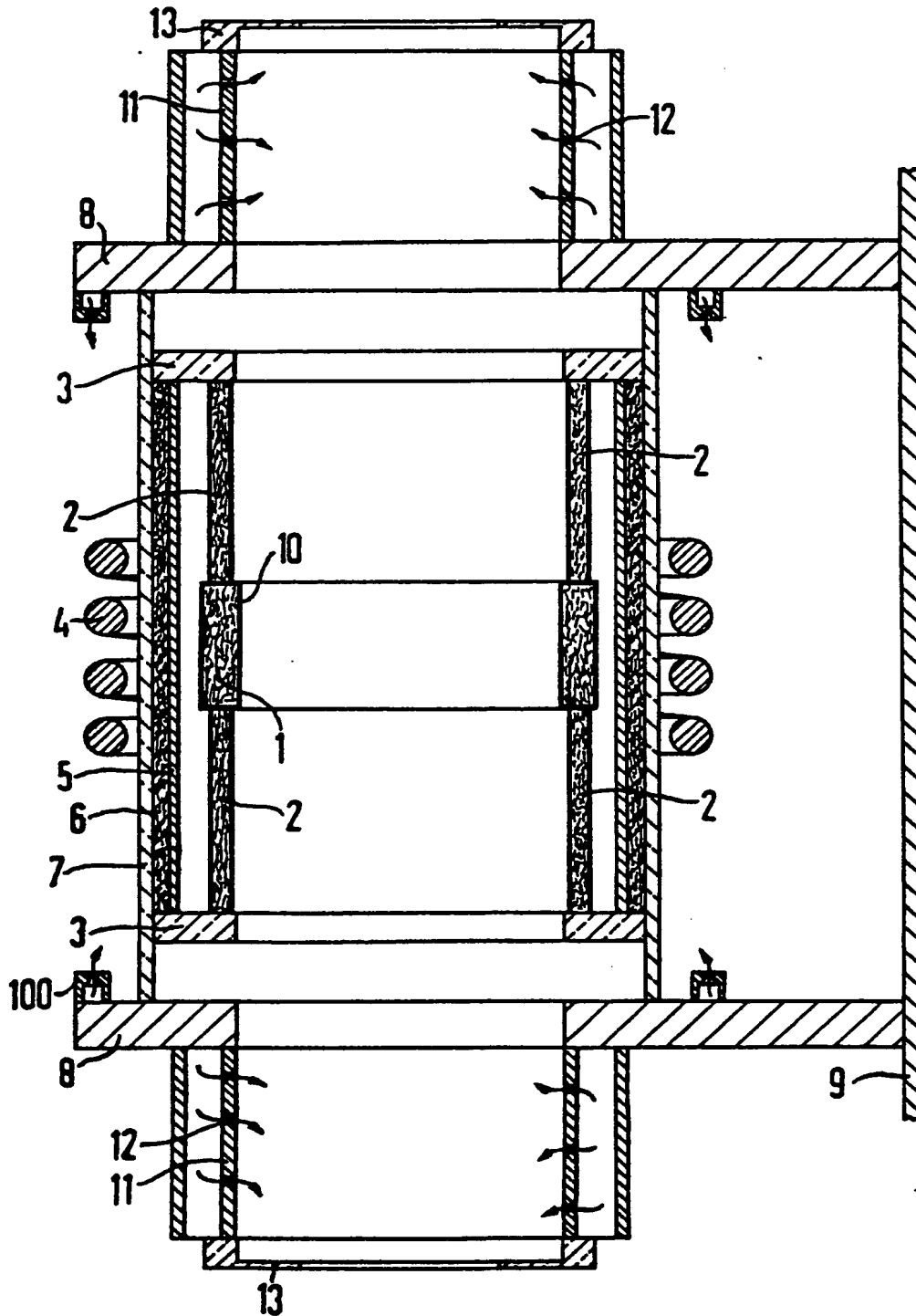
7. Juli 1980

Offenlegungstag:

4. Februar 1982

1/1

80 P 7104 DE



130065/0174